

明 細 書

単結晶の製造方法

技術分野

- [0001] 本発明はメモリーやCPUなど半導体デバイスの基板として用いられるウェーハ等を切り出すための単結晶を製造する方法に関するものであり、特に、最先端分野で用いられている無欠陥領域の単結晶を製造する方法に関するものである。

背景技術

- [0002] メモリーやCPUなど半導体デバイスの基板として用いられるウェーハ等を切り出すための単結晶としては、例えばシリコン単結晶を挙げることができ、主にチョクラルスキー法(Czochralski Method、以下CZ法と略称する)により製造されている。
- [0003] CZ法により単結晶を製造する際には、例えば図5に示すような単結晶製造装置1を用いて製造される。
- 単結晶製造装置1は、例えばシリコンのような原料多結晶を収容して溶融するための部材や、熱を遮断するための断熱部材などを有しており、これらは、メインチャンバー2内に収容されている。メインチャンバー2の天井部からは上に伸びる引上げチャンバー3が接続されており、この上部に単結晶4をワイヤー5で引上げる機構(不図示)が設けられている。
- [0004] メインチャンバー2内には、溶融された原料融液6を収容する石英ルツボ7とその石英ルツボ7を支持する黒鉛ルツボ8が設けられ、これらのルツボ7、8は駆動機構(不図示)によって回転昇降自在にシャフト9で支持されている。このルツボ7、8の駆動機構は、単結晶4の引上げに伴う原料融液6の液面低下を補償すべく、ルツボ7、8を液面低下分だけ上昇させるようにしている。
- [0005] そして、ルツボ7、8を囲繞するように、原料を溶融させるための黒鉛ヒーター10が配置されている。この黒鉛ヒーター10の外側には、黒鉛ヒーター10からの熱がメインチャンバー2に直接輻射されるのを防止するために、断熱部材11がその周囲を取り囲むように設けられている。

[0006] また、メインチャンバー2の内部には、引上げチャンバー3の上部に設けられたガス導入口14からアルゴンガス等の不活性ガスが導入される。導入された不活性ガスは、引上げ中の単結晶4とガス整流筒12との間を通過し、ガス整流筒12の下端と原料融液6の液面との間を通過し、ガス流出口15から排出される。

尚、ガス整流筒12の外側下端には原料融液6と対向するように遮熱部材13が設けられ、原料融液6の表面からの輻射をカットするとともに原料融液6の表面を保温するようにしている。

[0007] 以上のような単結晶製造装置1内に配置された石英ルツボ7に原料多結晶を収容し、黒鉛ヒーター10により加熱し、石英ルツボ7内の多結晶原料を熔融させる。このように多結晶原料を熔融させたものである原料融液6に、ワイヤー5の下端に接続している種ホルダー16で固定された種結晶17を着液させ、その後、種結晶17を回転させながら引上げることにより、種結晶17の下方に所望の直径と品質を有する単結晶4を育成する。この際、種結晶17を原料融液6に着液させた後に、直径を3mm程度に一旦細くして絞り部を形成するいわゆる種絞り(ネッキング)を行い、次いで、所望の口径になるまで太らせて、無転位の結晶を引上げている。

[0008] 通常、このように引上げられたシリコン単結晶には、空孔型(Vacancy)と格子間型(Interstitial)の真性の点欠陥がある。この真性点欠陥の飽和濃度は温度の関数であり、結晶育成中の温度の低下に伴い、過飽和状態となる。この過飽和状態では対消滅や外方拡散・坂道拡散などが起こり、過飽和状態を緩和する方向に進む。その結果、空孔型か格子間型かのいずれか一方が優勢な過飽和の点欠陥として残る。

[0009] そして、結晶成長速度が速いと空孔型が過剰状態となりやすく、逆に結晶成長速度が遅いと格子間型が過剰な状態になりやすいことが知られている。この過剰な濃度がある臨界以上となれば、これらが凝集し、結晶成長中に2次欠陥を形成する。

[0010] そして、結晶軸方向に成長速度Vを高速から低速に変化させた場合、図6に示したような欠陥分布図が得られることが知られている。

成長速度が比較的高速の場合には、単結晶中で空孔型が優勢となる。この場合、2次欠陥としてはCOP(Crystal Originated Particle)やFPD(Flow Pattern Defect)などとして観察されるボイド(Void)欠陥が形成される。そして、この欠陥が

分布する領域をV領域という。また、このV領域の境界近辺には、酸化処理後にOSF（酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault）として観察される欠陥が分布することが知られている。そして、この欠陥が分布する領域をOSF領域という。これらの2次欠陥は、酸化膜特性を劣化させる原因となる。

[0011] 一方、成長速度が比較的低速の場合には、単結晶中で格子間型が優勢となる。この場合、転位ループ起因のLSEPD (Large Secco Etch Pit Defect)、LFPD (Large Flow Pattern Defect) などとして観察される2次欠陥が形成される。そして、この欠陥が存在する領域をI領域という。この2次欠陥は、リーク等の重大な不良を起こす原因となる。

[0012] 近年、V領域とI領域の中間でOSF領域の外側に、空孔起因のFPD、COP等も、格子間シリコンが集合した転位ループ起因のLSEPD、LFPD等も存在しない領域の存在が確認されている。この領域はN領域（無欠陥領域）と呼ばれる。また、このN領域をさらに分類すると、OSF領域の外側に隣接するN_v領域（空孔の多い領域）とI領域に隣接するN_i領域（格子間シリコンが多い領域）とがあり、N_v領域では、熱処理をした際に酸素析出量が多く、N_i領域では酸素析出が殆ど無いことがわかっている。

[0013] これらの欠陥は、成長速度Vと成長界面近傍での温度勾配Gの比であるV/G値というパラメーターにより、その導入量が決定され则认为られている（例えば、V. V. Voronkov, Journal of Crystal Growth, 59(1982), 625-643参照。）。すなわち、V/G値が所定範囲になるように、成長速度Vと温度勾配Gを調節すれば、所望の欠陥領域で単結晶を引上げることができる。

[0014] そして、成長速度Vと成長界面近傍での温度勾配Gを調節してN領域となるように引上げた結晶が、無欠陥結晶と呼ばれる結晶である。単結晶中の過剰な点欠陥の濃度を限りなく低くした無欠陥結晶を引上げるためには、成長速度Vと成長界面近傍での温度勾配Gとで表されるV/G値が非常に限定された範囲となるように、成長速度Vと温度勾配Gを調節する必要があった（例えば、特開平8-330316号公報、特開平11-79889号公報参照。）。しかし、非常に狭い範囲に成長速度V等を調節して単結晶を引上げることは非常に困難である。そのため、無欠陥結晶を引上げる場

合、実際には不良品などが多発して、歩留り、生産性を大きく低下させるという問題があった。

発明の開示

- [0015] 本発明は、このような問題点に鑑みてなされたもので、N領域となるV/G値の範囲を大幅かつより確実に拡大することができ、すなわち、無欠陥領域の単結晶を引き上げる際の製造マージンを大幅に拡大することができ、これにより、無欠陥領域結晶の製造歩留り、生産性を大幅に向上させることが可能な単結晶の製造方法を提供することを目的とする。
- [0016] 本発明は、上記課題を解決するためになされたもので、チョクラルスキー法によってチャンバ内で単結晶を原料融液から引上げて製造する方法において、径方向にリング状に発生するOSF領域の外側で、且つ格子間型及び空孔型の欠陥が存在しない無欠陥領域の単結晶を上げるとともに、前記単結晶の上げは、単結晶の融点から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が、0.96℃/min以上の範囲、1150℃から1080℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が、0.88℃/min以上の範囲、1050℃から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が、0.71℃/min以上の範囲、となるように制御して行うことを特徴とする単結晶の製造方法が提供される。
- [0017] このように、単結晶を引上げる際に、融点から950℃までの温度帯、1150℃から1080℃までの温度帯、1050℃から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度が、上記範囲となるように制御して急冷することで、V領域とI領域の中間でOSFリングの外側に存在するN領域となるV/G値の範囲を大幅かつより確実に拡大することができる。このように無欠陥領域の単結晶を製造する場合の製造マージンが大幅に拡大するので、無欠陥結晶の製造が比較的容易となり、無欠陥領域の単結晶の歩留り、生産性が大幅に向上するという効果を得ることができる。
- [0018] この場合、前記無欠陥領域の単結晶を引上げるための成長速度マージン(成長速度上限-成長速度下限)が、該単結晶の平均成長速度((成長速度上限+成長速度下限)/2)の7%以上の範囲であるものとすることができる。

- [0019] 本発明の単結晶の製造方法では、点欠陥が凝集する温度帯を通過する時の冷却速度を上記のように高速にしているので、点欠陥が凝集しづらくなり、その結果、無欠陥領域の単結晶を引上げるための成長速度マージンが7%以上と非常に大きい範囲となる。このように成長速度マージンが大きければ、無欠陥領域の単結晶を引上げる際の成長速度の制御は比較的容易である。したがって、より確実に無欠陥領域の単結晶を引上げることができるようになり、無欠陥領域の単結晶の歩留り、生産性が大幅に向上する。
- [0020] この場合、前記単結晶を引上げるための温度帯の制御は、チャンバ内に、少なくとも、冷却媒体で強制冷却される冷却筒と、冷却補助部材を配置することによって行うことができる。
- [0021] 点欠陥が凝集する温度帯を通過する時の冷却速度の制御は、単結晶製造装置内に、例えば、冷却媒体で強制冷却される冷却筒と、冷却補助部材を配置することによって行うことができる。尚、冷却補助部材としては、例えば、冷却筒から下方に延伸するように配置される部材であって、円筒状、又は下方に向かって縮径された形状のものが挙げられる。
- [0022] この場合、前記製造する単結晶を、シリコン単結晶とすることができる。
- [0023] 本発明の単結晶の製造方法は、無欠陥領域の単結晶の製造歩留り、生産性の向上が近年強く求められているシリコン単結晶を製造するのに有効である。
- [0024] この場合、前記単結晶の直胴部の直径を、150mm以上とすることができる。
- [0025] 本発明の単結晶の製造方法は、2次欠陥が発生し易く、したがって、より確実な無欠陥結晶の製造方法が強く求められている、直胴部の直径が150mm以上の大口径の単結晶を製造するのに特に有効である。
- [0026] この場合、前記単結晶の引上げは、中心磁場強度が300ガウス以上6000ガウス以下の範囲の磁場を印加しながら行うのが好ましい。
- [0027] このように、単結晶の引上げの際に磁場を印加することで、無欠陥領域の単結晶を育成するための良好な結晶成長界面形状を達成することができる。したがって、無欠陥結晶の製造において、より高い製造歩留り、より高い生産性を達成できる。
- [0028] そして、本発明によれば、以上のような単結晶の製造方法により製造された単結晶

が提供される。

[0029] 本発明の単結晶の製造方法により製造された単結晶は、不良品が少なく、非常に高品質な無欠陥結晶である。さらに、本発明の単結晶は、高歩留り、高生産性で製造されたものであるので、従来品と比較して比較的安価なものである。

[0030] 以上説明したように、本発明によれば、点欠陥が凝集する温度帯を通過する時の冷却速度を高速にすることで、N領域となる V/G 値の範囲を大幅かつより確実に拡大することができ、すなわち、無欠陥結晶の製造マージンを大幅に拡大することができる。したがって、無欠陥領域の単結晶の製造歩留り、生産性を大幅に向上させることができる。

図面の簡単な説明

[0031] [図1]無欠陥結晶の製造マージンを示すグラフである。

[図2]本発明で用いられる単結晶製造装置の一例を示す概略断面図である。

[図3]実施例1と比較例1における、引上げ単結晶の温度分布を示すグラフである。

[図4]各温度帯における、 $(\text{成長速度マージン} / \text{平均成長速度}) \times 100(\%)$ と通過時間(min)の関係を示すグラフである。

[図5]従来用いられている単結晶製造装置の一例を示す概略断面図である。

[図6]結晶欠陥領域の分布を示す概略断面図である。

発明を実施するための最良の形態

[0032] 以下、本発明についてより詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明者らは、N領域となる V/G 値の範囲、すなわち無欠陥結晶の製造マージンを拡大する方法について研究を重ねた。

無欠陥結晶の製造マージンについて、図1を参照して説明する。図1中、 $V/G = \text{Constant}$ の状態では、優勢な点欠陥が空孔型でも格子間型でもなく両者が拮抗した状態である。この状態では、もちろん2次欠陥の発生はなく、無欠陥状態を達成できる。これに加え、過剰な点欠陥がある濃度以下であれば、これらが凝集して2次欠陥として検出されるほどに大きくなることはなく、事実上この部分も無欠陥領域(N領

域)となる。この部分まで含めたV/G値の範囲が、いわゆる無欠陥領域の製造マージンとなる。

- [0033] 一方、過剰な点欠陥が2次欠陥として検出されるほどに大きくならないための濃度は、点欠陥が凝集する温度帯の熱状況に大きく影響される。つまりこの温度帯の通過時間が極端に短ければ、どんなに過剰な点欠陥があろうとこれらが凝集し2次欠陥として検出されるほどに大きくなることはないと考えられる。従ってこの温度帯の通過時間が短ければ短いほど、製造マージンが大きくなる。
- [0034] ここで、特開2002-226296号公報には、例えば1080℃から1150℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が1℃/min以上となるように制御して、無欠陥結晶の成長速度マージンを広げる方法について記載されている。しかし、この方法は、無欠陥結晶の成長速度マージンを広げるための確実性の点で、未だ改良の余地があった。
- [0035] これらのことから、本発明者らは、単結晶を引上げる際に、過剰となった真性点欠陥の凝集する温度帯についてより詳細に検討を重ねた。そして検討の結果、特に、単結晶を引上げる際に、単結晶の融点から950℃までの温度帯、1150℃から1080℃までの温度帯、1050℃から950℃までの温度帯を通過する時に、引上げ単結晶を急冷することで、点欠陥の凝集を妨げ、この点欠陥の凝集体である2次欠陥が検出されない無欠陥領域の製造マージンを大幅かつより確実に拡大することができることに想到し、本発明を完成させた。
- [0036] 以下、単結晶を引上げる際に、各温度帯を急冷するように制御することが可能な単結晶製造装置について、図2を参照して説明するが、本発明はこの装置に限定されるものではない。
- 図2に示される単結晶製造装置21は、冷却筒22、冷却媒体導入口23、冷却補助部材24、保護部材25を具備するが、それ以外の部材については、前述の図5で示される単結晶製造装置1と同様である。
- [0037] 単結晶装置21には、冷却筒22が具備され、この冷却筒22は、引上げ中の単結晶4を取り囲むようにメインチャンバー2の天井部から原料融液6の表面に向って延伸している。冷却筒22内には、冷却媒体導入口23から冷却媒体が導入され、該冷却媒

体は、冷却筒22内を循環して冷却筒22を強制冷却した後、外部へ排出される。

[0038] 尚、冷却筒22内に流す冷却媒体の流量や温度を必要に応じて調節すれば、冷却筒22の除去熱量を変化させることができる。これにより、所望の冷却雰囲気を作り出すことが可能であり、したがって、単結晶引上げの際には、各温度帯を所望の冷却速度で急冷するように制御することが可能となる。

[0039] また、冷却筒22の下端部から原料融液の表面近傍に延伸する円筒状の冷却補助部材24が設けられている。冷却補助部材24は、引上げられた直後の高温の単結晶4の周囲を囲んでおり、黒鉛ヒーター10あるいは原料融液6等からの輻射熱を遮って単結晶4を冷却する効果を有する。尚、冷却補助部材の形状は、円筒状に限られず、他には、例えば下方に向かって縮径された形状のものが挙げられる。

この冷却補助部材の配置位置、形状等を変更することによっても、単結晶引上げの際に、各温度帯を所望の冷却速度で急冷するように制御することが可能である。

[0040] さらに、冷却筒22の外側には、保護部材25が設けられている。保護部材25は、メインチャンバー2の天井部から延伸し、メインチャンバー2内の冷却筒22の下端面を含む外周面を覆うようにして配置されている。保護部材25を設けることで、原料多結晶の熔融時などに飛散するおそれのある原料融液が冷却筒22に付着することを防ぐことができるし、また、黒鉛ヒーター10等からの輻射熱が、直接冷却筒22にあたるのを防ぐことができるので、冷却筒22の除熱効果も向上する。

[0041] そして、本発明は、以上のような単結晶製造装置を用いて、以下のように単結晶を製造する単結晶の製造方法を提供する。

すなわち、本発明の単結晶の製造方法は、チョクラルスキー法によってチャンバ内で単結晶を原料融液から引上げて製造する方法において、径方向にリング状に発生するOSF領域の外側で、且つ格子間型及び空孔型の欠陥が存在しない無欠陥領域の単結晶を引上げるとともに、前記単結晶の引上げは、単結晶の融点から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が、0.96℃/min以上の範囲、1150℃から1080℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が、0.88℃/min以上の範囲、1050℃から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が、0.71℃/min以上の範囲、となるように制御して行うことを特徴とする。

- [0042] 尚、各温度帯を通過する時の冷却速度の平均値を、 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 以下の範囲とするのが好ましく、この範囲内であれば、直胴部の直径が150mm以上である大口径の結晶を製造する場合であっても、N領域が全面に広がった高品質の無欠陥結晶を安定して製造することができる。
- [0043] ここで、点欠陥の凝集温度帯としては、空孔型の欠陥が、2次欠陥であるボイド欠陥を形成する温度帯は、 1150°C から 1080°C 程度といわれており、OSFが形成される温度帯は 1000°C 付近といわれている。一方で、格子間型の欠陥が凝集する温度帯ははっきりとわからないが、転位クラスターが発生することなどから、比較的高温であると思われる。本発明者らは、これらのことを考慮しつつ、検討を重ねた結果、本発明の単結晶の製造方法では、単結晶の融点近傍の温度から 1000°C を下回る程度の温度までの温度帯、具体的には、単結晶の融点から 950°C までの温度帯、 1150°C から 1080°C までの温度帯、 1050°C から 950°C まで各温度帯をそれぞれ通過する時に、引上げ単結晶を上記のように急冷するようにした。
- [0044] このように冷却速度を制御することで、V領域とI領域の中間でOSFリングの外側に存在するN領域となるV/G値の範囲を大幅かつ確実に拡大することができる。このように無欠陥領域の単結晶の製造マージンが大幅に拡大するので、無欠陥結晶の製造が比較的容易となり、無欠陥領域の単結晶の歩留り、生産性が大幅に向上するという効果を得ることができる。
- [0045] 無欠陥結晶の製造マージンは、図1に示したグラフから推定される様に、成長界面近傍での温度勾配Gと、成長速度Vが大きな場合にも拡大することが推定される。従って、例えば、無欠陥結晶の製造マージンを成長速度Vの観点から見た成長速度マージンは、成長速度で規格化した値を見て判断することで、比較が容易になる。上記本発明の単結晶の製造方法によれば、無欠陥領域の単結晶を引上げるための成長速度マージン(成長速度上限-成長速度下限)が、該単結晶の平均成長速度((成長速度上限+成長速度下限)/2)の7%以上の範囲と非常に大きい範囲にすることができる。このように成長速度マージンが大きければ、無欠陥領域の単結晶を引上げる際の成長速度の制御は比較的容易である。したがって、より確実に無欠陥領域の単結晶を引上げることができるようになり、無欠陥領域の単結晶の歩留り、生産性が大

幅に向上する。

このような本発明の単結晶の製造方法は、無欠陥領域の単結晶の製造歩留り、生産性の向上が近年強く求められているシリコン単結晶を製造するのに有効である。また、2次欠陥が発生し易く、したがって、より確実な無欠陥結晶の製造方法が強く求められている、直胴部の直径が150mm以上の範囲と大口径の単結晶を製造するのに特に有効である。

[0046] 更に、本発明の単結晶の製造方法では、中心磁場強度300ガウス以上6000ガウス以下の範囲の磁場を印加しながら無欠陥結晶を育成するのが好ましい。このように、単結晶育成中に、磁場を印加することで、無欠陥領域の単結晶を育成するための良好な結晶成長界面形状を達成することができる。したがって、無欠陥結晶の製造において、より高い製造歩留り、より高い生産性を達成できる。

[0047] そして、以上のような本発明の単結晶の製造方法により製造された単結晶は、不良品が少なく、非常に高品質な無欠陥結晶である。また、本発明の製造方法では、このような単結晶を、高歩留り、高生産性で製造することができるので、高品質の無欠陥結晶を従来品と比較して比較的安価で提供できる。

[0048] 以下、本発明を実施例および比較例を挙げて具体的に説明する。

(実施例1)

冷却筒22を具備する図2の単結晶製造装置21に、直径24インチ(約600mm)の石英ルツボ7を装備し、続いて、石英ルツボ7に原料多結晶シリコンを150kgチャージして熔融し、原料融液6とした。そして、チョクラルスキー法(CZ法)により、直胴部の直径が8インチ(約200mm)、直胴部の長さが約130cmのシリコン単結晶4を、成長速度を徐々に低下させながら育成した。

尚、シリコン単結晶4の育成時には、中心磁場強度4000Gの水平磁場を印加した。また、成長界面近傍での温度勾配Gをある程度一定に保つ様に、原料融液6の表面と遮熱部材13の間隔を60mmとした。

[0049] さらに、冷却筒22内に流す冷却媒体の流量及び温度を調節して、融点から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が約1.31℃/min、1150℃から

1080℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が約1.35℃/min、1050℃から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が約1.21℃/min、となるように制御した。さらに、この時の引上げ単結晶の温度分布を図3に示す。この図3からも、実施例1で用いた単結晶製造装置は、冷却速度が非常に速いことが判る。

[0050] 次に上記のようにして育成した単結晶を縦割りしてサンプルを作製し、以下に示すような結晶欠陥分布の調査を行った。

(1) FPD (V領域) および LSEPD (I領域) の検査

検査用のサンプルに30分間のセコエッチングを無攪拌で施した後、サンプルを顕微鏡で観察することにより結晶欠陥の有無を確認した。

(2) OSF の検査

検査用のサンプルにウェット酸素雰囲気下、1150℃で100分間の熱処理を行った後、サンプルを顕微鏡で観察することによりOSFの有無を確認した。

[0051] 以上のような調査の結果から、無欠陥領域の成長速度マージンを求めた。その結果、成長速度マージン(成長速度上限-成長速度下限)が、該単結晶の平均成長速度((成長速度上限+成長速度下限)/2)の10.7%であり、大幅に、無欠陥領域の単結晶の製造マージンを拡大することができたことが判った。

[0052] 次に、図2の単結晶製造装置を用いて、上記で得られた成長速度マージンの範囲内で無欠陥領域の単結晶を育成した。その結果、直胴部の全長に渡り2次欠陥の発生していない無欠陥結晶を育成することができた。

[0053] (実施例2)

冷却筒22を具備する図2の単結晶製造装置21に、直径18インチ(約450mm)の石英ルツボ7を装備し、続いて、石英ルツボ7に原料多結晶シリコンを70kgチャージして熔融し、原料融液6とした。そして、チョクラルスキー法(CZ法)により、直胴部の直径が6インチ(約150mm)、直胴部の長さが約100cmのシリコン単結晶4を、成長速度を徐々に低下させながら育成した。

尚、シリコン単結晶4の育成時には、中心磁場強度3000Gの水平磁場を印加した

。また、成長界面近傍での温度勾配Gをある程度一定に保つ様に、原料融液6の表面と遮熱部材13の間隔を50mmとした。

[0054] さらに、冷却筒22内に流す冷却媒体の流量及び温度を調節して、融点から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が約1.64℃/min、1150℃から1080℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が約1.56℃/min、1050℃から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が約1.56℃/min、となるように制御した。

[0055] 次に上記のようにして育成した単結晶を縦割りしてサンプルを作製し、実施例1と同様の方法により結晶欠陥分布の調査を行った。

その結果、無欠陥領域の単結晶を上げるための成長速度マージン(成長速度上限－成長速度下限)が、該単結晶の平均成長速度((成長速度上限＋成長速度下限)/2)の13.2%であり、大幅に、無欠陥領域の単結晶の製造マージンを拡大することができると判った。

[0056] 次に、図2の単結晶製造装置を用いて、上記で得られた成長速度マージンの範囲内で無欠陥領域の単結晶を育成した。その結果、直胴部の全長に渡り2次欠陥の発生していない無欠陥結晶を育成することができた。

[0057] (比較例1)

図5の冷却筒を具備していない単結晶製造装置1を用いて、実施例1と同様に成長速度を変化させながらシリコン単結晶を育成した。

ただし、この単結晶製造装置1は冷却筒を具備していないため、冷却速度を制御することができない。そのため、融点から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が約0.64℃/min、1150℃から1080℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が約0.58℃/min、1050℃から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が約0.43℃/minとなった。さらに、この時の引上げ単結晶の温度分布を図3に示す。この図3からも、比較例1で用いた単結晶製造装置では、実施例1で用いた単結晶製造装置と比較して、冷却速度が非常に遅いことが判る。

[0058] 次に上記のようにして育成した単結晶を縦割りしてサンプルを作製し、実施例1と同

様の方法により結晶欠陥分布の調査を行った。

その結果、無欠陥領域の単結晶を引上げるための成長速度マージン(成長速度上限－成長速度下限)が、該単結晶の平均成長速度((成長速度上限＋成長速度下限)／2)の4.2%であり、非常に、無欠陥領域の単結晶の製造マージンが小さいものであった。

[0059] 次に、図5の単結晶製造装置を用いて、上記で得られた成長速度マージンの範囲内で無欠陥領域の単結晶を育成した。しかし、成長速度マージンが非常に狭いために、成長速度の制御が困難で、一部で2次欠陥が発生し、直胴部の全長に渡り2次欠陥の発生していない無欠陥結晶を育成することはできなかった。

[0060] (比較例2)

図5の単結晶製造装置1を用いて、実施例2と同様に成長速度を変化させながらシリコン単結晶を育成した。

ただし、この単結晶製造装置1は冷却筒を具備していないため、冷却速度を調整することができない。そのため、融点から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が約0.84℃／min、1150℃から1080℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が約0.72℃／min、1050℃から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が約0.59℃／minであった。

[0061] 次に上記のようにして育成した単結晶を縦割りしてサンプルを作製し、実施例1と同様の方法により結晶欠陥分布の調査を行った。

その結果、無欠陥領域の単結晶を引上げるための成長速度マージン(成長速度上限－成長速度下限)が、該単結晶の平均成長速度((成長速度上限＋成長速度下限)／2)の6.1%であり、非常に、無欠陥領域の単結晶の製造マージンが小さいものであった。

[0062] 次に、図5の単結晶製造装置を用いて、上記で得られた成長速度マージンの範囲内で無欠陥領域の単結晶を育成した。しかし、成長速度マージンが非常に狭いために、成長速度の制御が困難で、一部で2次欠陥が発生し、直胴部の全長に渡り2次欠陥の発生していない無欠陥結晶を育成することはできなかった。

[0063] 次に、実施例1、2、比較例1、2の結果から、各温度帯における、通過時間と(成長速度マージン／平均成長速度)×100(%)の関係を示すグラフを作成したものが図4である。図4からも判るように、例えば、無欠陥領域の単結晶を引上げるための成長速度マージン(成長速度上限－成長速度下限)が、平均成長速度((成長速度上限＋成長速度下限)／2)の7%以上の範囲となるようにするためには、融点から950℃までの温度帯を通過する時の通過時間を480分以下(冷却速度の平均値0.96℃／min以上)、1150℃から1080℃までの温度帯を通過する時の通過時間を80分以下(冷却速度の平均値0.88℃／min以上)、1050℃から950℃までの温度帯を通過する時の通過時間を140分以下(冷却速度の平均値0.71℃／min以上)となるように制御すれば良い。

通常、成長速度マージンは、平均成長速度の4%程度、あるいはせいぜい6%以下であり、これが6%を超えて、例えば7%以上にまで増加させることができれば、全面がN領域である無欠陥結晶を安定して育成することができるようになる。特に、10%以上にできれば、N領域からずれて、2次欠陥が結晶の一部に発生してしまうことはほとんどなくなる。

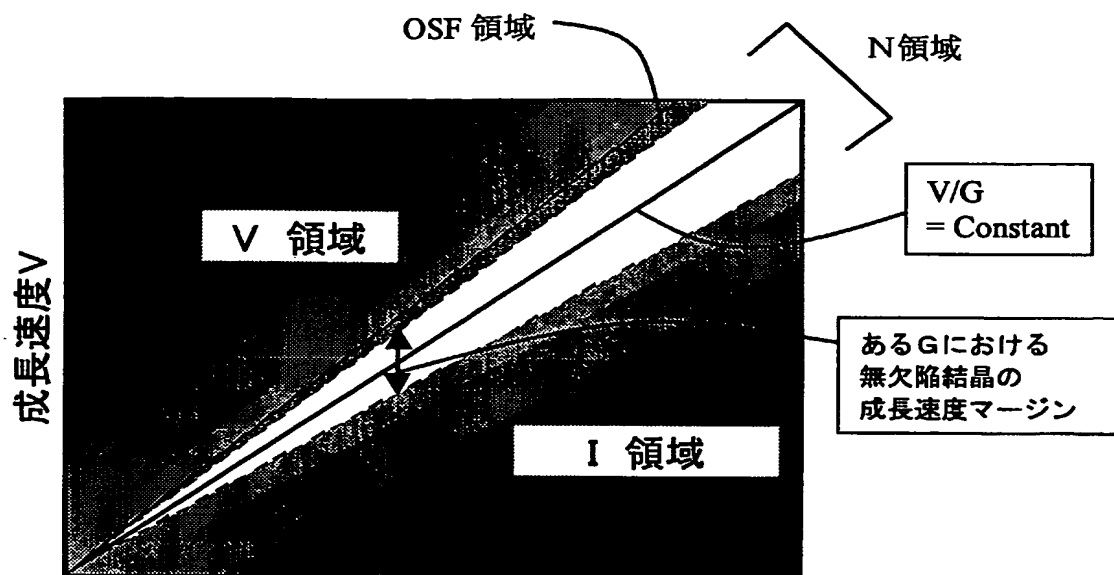
[0064] 尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

請求の範囲

- [1] チョクラルスキー法によってチャンバ内で単結晶を原料融液から引上げて製造する方法において、径方向にリング状に発生するOSF領域の外側で、且つ格子間型及び空孔型の欠陥が存在しない無欠陥領域の単結晶を引上げるとともに、前記単結晶の引上げは、単結晶の融点から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が、0.96℃/min以上の範囲、1150℃から1080℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が、0.88℃/min以上の範囲、1050℃から950℃までの温度帯を通過する時の冷却速度の平均値が、0.71℃/min以上の範囲、となるように制御して行うことを特徴とする単結晶の製造方法。
- [2] 前記無欠陥領域の単結晶を引上げるための成長速度マージン(成長速度上限-成長速度下限)が、該単結晶の平均成長速度((成長速度上限+成長速度下限)/2)の7%以上の範囲であることを特徴とする請求項1に記載の単結晶の製造方法。
- [3] 前記単結晶を引上げるための温度帯の制御は、チャンバ内に、少なくとも、冷却媒体で強制冷却される冷却筒と、冷却補助部材を配置することによって行うことを特徴とする請求項1又は請求項2に記載の単結晶の製造方法。
- [4] 前記製造する単結晶を、シリコン単結晶とすることを特徴とする請求項1乃至請求項3のいずれか1項に記載の単結晶の製造方法。
- [5] 前記単結晶の直胴部の直径を、150mm以上とすることを特徴とする請求項1乃至請求項4のいずれか1項に記載の単結晶の製造方法。
- [6] 前記単結晶の引上げは、中心磁場強度が300ガウス以上6000ガウス以下の範囲の磁場を印加しながら行うことを特徴とする請求項1乃至請求項5のいずれか1項に記載の単結晶の製造方法。

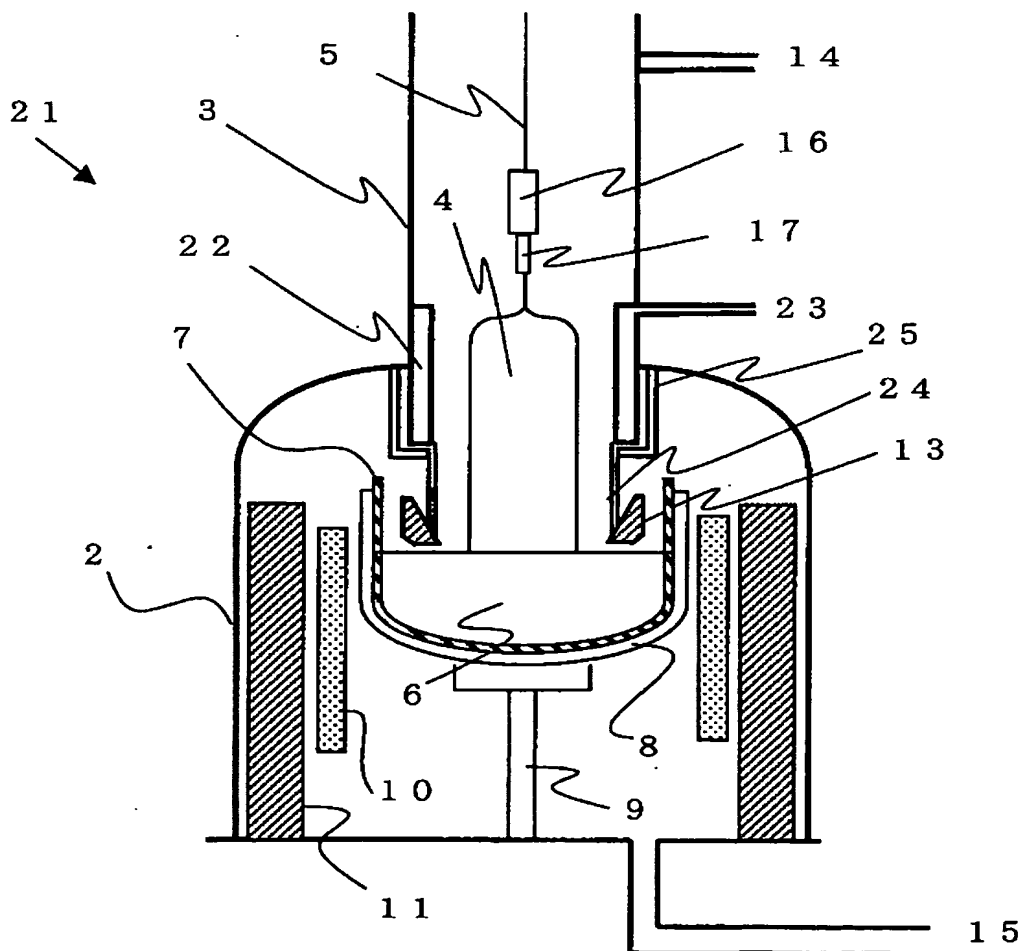
[7] 請求項1乃至請求項6のいずれか1項に記載の方法で製造された単結晶。

[図1]

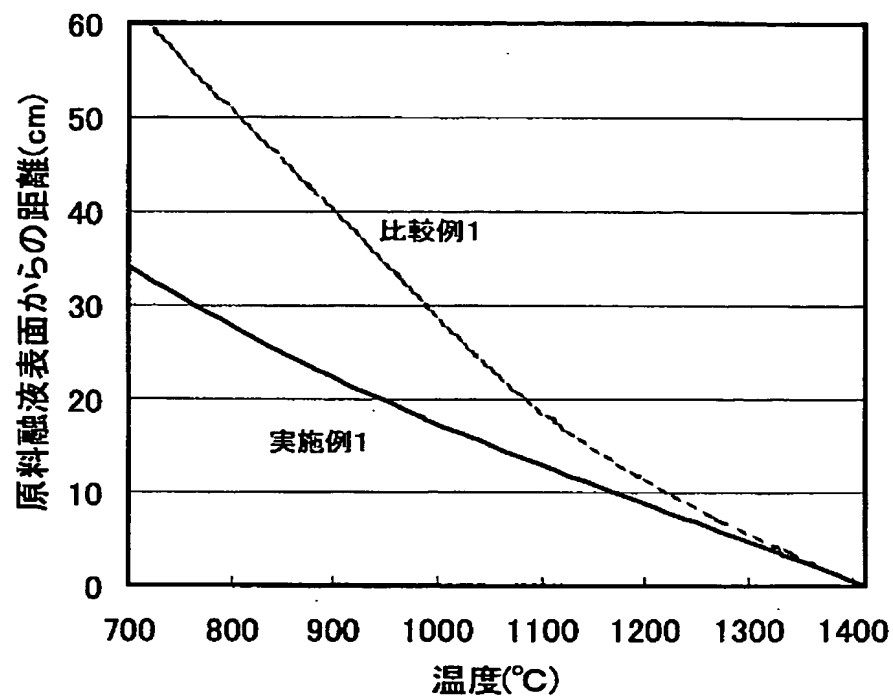


成長界面近傍での温度勾配G

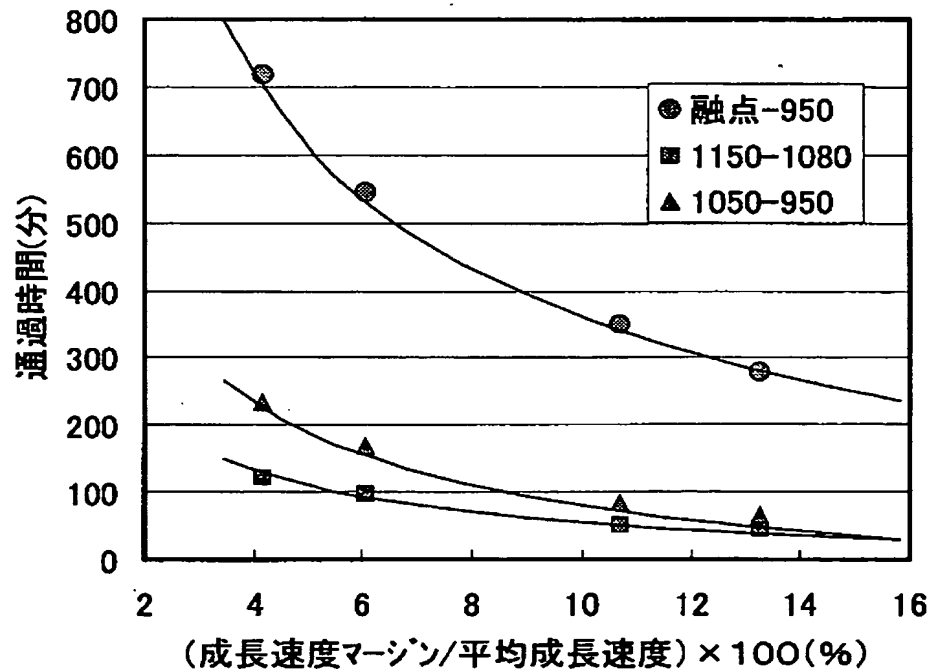
[図2]



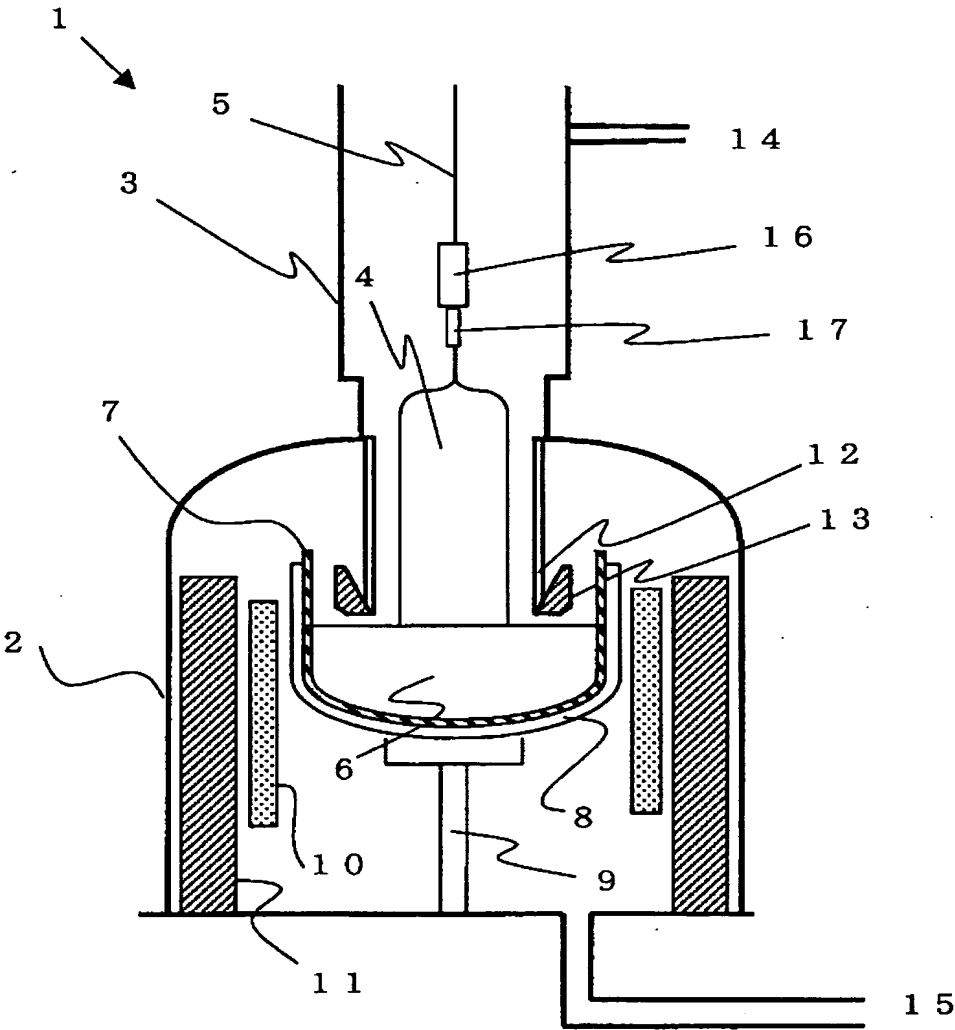
[図3]



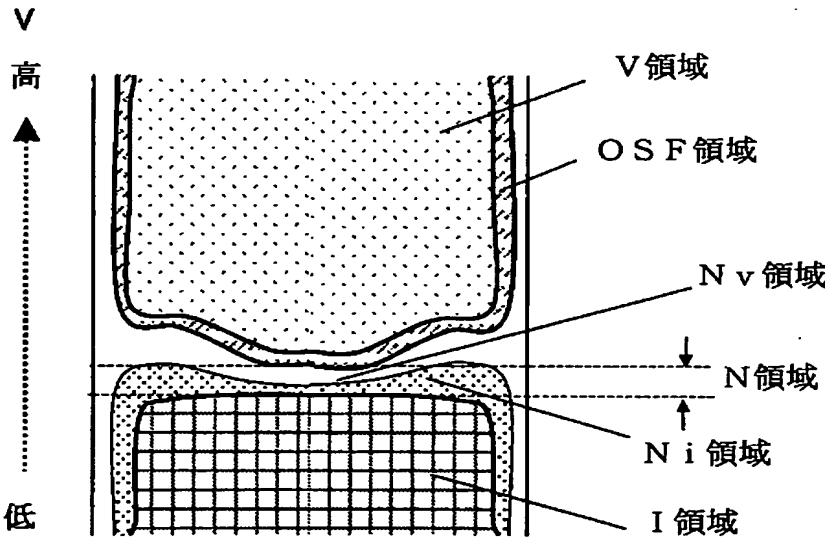
[図4]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/015395

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C30B15/20, C30B29/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C30B15/20, C30B29/06

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 7-223893 A (Nippon Steel Corp.), 22 August, 1995 (22.08.95), Claims; page 8, Par. Nos. [0050] to [0053]; page 15; Fig. 8 (Family: none)	1-5, 7 6
A	JP 8-157293 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 18 June, 1996 (18.06.96), Claims; page 2, Par. No. [0010] to page 4, Par. No. [0021] (Family: none)	1-7

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
05 January, 2005 (05.01.05)

Date of mailing of the international search report
25 January, 2005 (25.01.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/015395

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 11-43397 A (Nippon Steel Corp.), 16 February, 1999 (16.02.99), Claims; page 3, Par. No. [0009] to page 5, Par. No. [0018] (Family: none)	1-7
A	JP 2002-12498 A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 15 January, 2002 (15.01.02), Claims; page 4, Par. No. [0033] to page 5, Par. No. [0039] & US 2002-0017234 A1	1-7
Y	JP 2002-226296 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 14 August, 2002 (14.08.02), Claims; page 6, Par. Nos. [0042] to [0046] (Family: none)	6

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C30B15/20, C30B29/06

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C30B15/20, C30B29/06

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1926-1996
日本国公開実用新案公報	1971-2005
日本国登録実用新案公報	1994-2005
日本国実用新案登録公報	1996-2005

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	JP 7-223893 A(新日本製鐵株式会社), 1995.08.22, 特許請求の 範囲, 第8頁段落【0050】-【0053】, 第15頁【図8】(ファミリーなし)	1-5, 7 6
A	JP 8-157293 A(信越半導体株式会社), 1996.06.18, 特許請求の 範囲, 第2頁段落【0010】-第4頁段落【0021】(ファミリーなし)	1-7
A	JP 11-43397 A(新日本製鐵株式会社), 1999.02.16, 特許請求の 範囲, 第3頁段落【0009】-第5頁段落【0018】(ファミリーなし)	1-7

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

05.01.2005

国際調査報告の発送日

25.1.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

新居田 知生

4G

8618

電話番号 03-3581-1101 内線 6781

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2002-12498 A(住友金属工業株式会社), 2002.01.15, 特許請求の範囲, 第4頁段落【0033】-第5頁段落【0039】 & US 2002-0017234 A1	1 - 7
Y	JP 2002-226296 A(信越半導体株式会社), 2002.08.14, 特許請求の範囲, 第6頁段落【0042】-【0046】(ファミリーなし)	6